Standar Nasional Indonesia

Aluminium dan paduan aluminium, Cara uji kimia kadar boron

## CARA UJI KIMIA KADAR BORON DALAM ALUMINIUM DAN PADUAN ALUMINIUM

#### 1. RUANG LINGKUP

. . . .

Standar ini meliputi cara pengambilan contoh dan cara uji kimia kadar boron dalam aluminium dan paduan aluminium.

2. CARA PENGAMBILAN CONTOH Cara pengambilan contoh sesuai SII. 1465 - 95

#### 3. CARA UJI

Cara uji dapat dilakukan dengan salah satu metoda :

3.1. Metoda fotometri dengan asam karminat

1)Metoda A

Batas konsentrasi 0,005 - 0,060 %

2)Meteda B

Rather Romantrasi 0,01 - 0,07 %

3.1.1. Metoda fotometri dengan karminat (metoda A)

### 3.1,1.1. Prinsip

Boron, dalam bentuk asam borat, bereaksi dengan karminat dalam larutan asam sulfat pekat menghasilkan warna ungu. Diukur serapannya pada panjang gelombang ± 585 nm.

#### 3.1.1.2. Pereaksi

- 1) Larutan baku boron (1 ml = 0,05 mg B)

  Larutan 0,2857 g kristal asam borat (H<sub>3</sub>BO<sub>3</sub>) dalam air panas (jangan lebih dari 40 °C). Dinginkan, lalu pindahkan
  ke dalam labu ukur 1000 ml, dan encerkan mampai tanda tera
  kemudian kocok.
- 2) Air brom (pekat)
- 3) Larutan asam karminat (0,92 g/l)
  Pindahkan 0,46 g karminat ke dalam botol 1000 ml yang kering dan bertutup plastik. Tambahkan 500 ml H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> dan masukkan pengaduk magnit berlapis plastik, tutup botol dan aduk dengan menggunakan pengaduk magnit sampai karminat larut sempurna lalu simpan ditempat yang gelap.

4) Natrium Karbonut (Na<sub>2</sub>co<sub>3</sub>) bebas air.

#### 3.1.1.3. Peralatan

Fotometri.

#### 3.1.1.4. Prosedur

#### 3.1.1.4.1. Larutan uji

- 1) Timbang 1,0 g contoh dengan ketelitian 1 mg dan pindahkan dalam Erlenmeyer 250 ml.
- 2) Tambahkan 15 ml air brom, dan 10 ml HCl. Jika reaksi terlalu cepat, dinginkan sampai reaksi berkurang. Jika reaksi sangat lambat larutan dipanaskan.
- 3) Setelah reaksi sempurna, panaskan jangan sampai mendidih untuk menghilangkan pengaruh brom.
- 4) Saring larutan dengan menggunakan kertas saring kasar, dg kadar abu rendah yang berdiameter 7 cm kedalam labu ukur 50 ml.
- 5) Cuci Erlenmeyer dan kertas saiing 3 sampai 4 kali dengan air panas.
- 6) Usahakan volume filtrat kurang dari 40 ml dan simpan.
- 7) Taburi sampai merata residu pada kertas saring dengan 0,25 g Na<sub>2</sub>CO<sub>3</sub> bebas air dan pindahkan kertas kedalam cawan platina kecil.
- 8) Keringkan dan arangkan pada suhu rendah diatas pembakar Meker, naikkan suhu secara bertahan sampai kertas teroksidasi sempurna dan melebur.
- 9) Lanjutkan pemanasan leburan sampai sempurna (± 10 menit), lalu dinginkan pada suhu kamar.
- 10) Larutkan leburan dengan ± 5 ml air panas dan tambahkan tetesan H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> (1+1) sampai reaksi berhenti.
- 11) Tambahkan larutan kedalam filtrat dalam ukur 50 ml (3.1.1.4.1. butir 6) dinginkan, encerkan dengan air sampai tanda tera dan kocok.

## 3.1.1.4.2. Larutan pembanding

Buat pereaksi dengan menggunakan yang sama, untuk digunakan sebagai larutan perbanding.

#### 3.1.1.4.3. Pengembangan warna

Pipet 2 ml aliquot dari larutan, dan pindahkan kedalam Erlenmeyer 50 ml yang kering dan bertutup gelas. Tambahkan 10,0 ml H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>, kocok dan dinginkan pada suhu kamar. Tambahkan 10,0 ml larutan asam karminat, tutup, kocok dan hindarkan dari cahaya yang kuat selama 45 menit.

#### 3.1.1.4.4. Fotometri

Pindahkan sejumlah larutan uji yang sesuai kedalam sel serapan dan ukur serapannya pada panjang gelombang ± 585 nm.

#### 3.1.1.5. Pembuatan kurva kalibrasi

### 3.1.1.5.1. Larutan Edibeasi

Pipet 1.0; 2.0; 4.0; 6.0; 8.0; 10.0; dan 12.0 ml larutan boron (1 ml = 0.05 mg B) dan pindahkan kedalam ketujuh labu ukur 50 ml. Tambah 10 ml H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> (1+1), encerkan dengan air sampai 40 ml, kocok dan dinginkan pada suhu kamar. Encerkan sampai tanda tera dan kocok. Pengerjaan selan-jutnya sesuai dengan 3.1.1.4.3.

## 3.1.1.5.2. Larutan pembanding

Pipet 10 ml H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> (1+1) kedalam lahu ukur 50 ml, encerkan sampai 40 ml, kocok dan dinginkan pada suhu kamar. Encerkan sampai tanda tera dan kocok lagi. Pengerjaan selanjutnya sesuai dengan 3.1.1.5.3.

## 3.1.1.5.3. Pengembangan warna

Pipet dan pindahkan 2 ml aliquot dari larutan pembanding dan dari masing-masing larutan kalibrasi kedalam beberapa Erlenmeyer 50 ml yang kering dan mempunyai tutup gelas. Tambahkan 10,0 ml H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>, kocok dan dinginkan pada suhu kamar. Tambahkan 10,0 ml larutan karminat, tutup, kocok dan hindarkan dari cahaya yang kuat selama 45 menit.

#### 3.1.1.5.4. Fotometri

Pindahkan jumlah larutan pembanding gang sesuai kedalam sel serapan dan ukur serapannya pada panjang gelombang ± 585 nm-

# 3.1.1.5.5. Kurva kalibrasi

Buat kurva kalibrasi antara serapan yang diperoleh terhadap mg boron per 22 ml larutan.

## 3.1.1.5.6. Perhitungan

Konversikan pembacaan forometri dari larutan uji ke dalam mg boren dengan menggunakan kurva kalibrusi.

Kadar beron di dalam centeh dapat dihitung dari rumus :

$$\text{Kadar boron} = \frac{A}{(B \times 100)} \times 100 \%$$

#### dimana :

= berut boron dalam 22 ml larutan akhir (mg)

= berat contoh dalam 22 ml larutan akhi: (g)

#### Catatan :

Prosedur ini berlaku untuk sel serapan dengan ukuma 30 am, sel dengan ukuran lain juga dapat digunakan dengan penyesuaian jumlah contoh dan reaksi.

# 3.1.2. Metoda fotometri dengan asam karminat (Metoda B)

#### 3.1.2.1. Prinsip

Contoh dilarutkan dengan NaOH dan Na<sub>2</sub>O<sub>2</sub> dan diasamkan dengan H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>. Kemudian ditambahkan kanminat untuk pewarmaan boron dan diukur serapannya pada panjang gelombang ± 600 nm.

#### 3.1.2.2. Pereaksi

- 1) Asam sulfat (1 + 1 )
- 2) Larutan NaOH Larutkan 10 g NaOH dalam 100 ml air.
- 3) Natrium peroksida, Na<sub>2</sub>O<sub>2</sub>
- 4) Larutan asam karminat ' Larutkan 0,02 g asam karminat dalam 100 ml H2SO4 Larutan ini dibuat sesaat hendak dipakai.

5) Larutan baku Boron (0,25 mg B/ml)
Larutkan 1,425 g asam borat (H<sub>3</sub>BO<sub>3</sub>) dengan air, masukkan kedalam labu ukur 1000 ml, dan encerkan dengan air
sampai tanda tera dan kocok.

#### 3.1.2.3. Peralatan

Fotometer

#### 3.1.2.4. Prosedur

- 1) Timbang 2,00 gram contoh dengan ketelitian 1 mg dan masukkan kedalam cawan nikel 150 ml .
- 2) Tambahkan 25 ml larutan NaOH, sedikit demi sedikit tutup dengan penutup cawan nikel, biarkan contoh mengurai.
- 3) Setelah reaksi mereda, tambahkan 2 g  $\rm Na_2O_2$  dan panaskan hingga  $\rm Na_2O_2$  terurai (catatan 1).
- 4) Ulangi penambahan  $Na_2O_2$  sebanyak 2 kali.dan panaskan hingga  $Na_2O_2$  terurai (catatan 1).
- 5) Dinginkan cawan dalam air yang mengalir.
- 6) Pindahkan larutan contoh kedalam gelas kimia 300 ml yang telah berisi 30 ml H2SO<sub>4</sub> (1+1).
- 7) Cuci cawan nikel 2 kali dengan air, cuci dengan 10 ml H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> (1+1), cuci lagi dengan air sebanyak 2 kali.
- 8) Campurkan air cucian kedalam larutan contoh dan panaskan hingga larutan jernih.
- 9) Dinginkan gelas kimia dalam air yang mengalir pada suhu kamar.
- 10) Pindahkan larutan contoh kedalam labu ukur 100 ml dan encerkan dengan air sampai tanda tera dan kocok.
- 11) Pipet 2 ml aliquot tersebut diatas dan masukkan kedalam labu 25 ml yang kering dan bertutup gelas.
- 12) Tambahkan 20 ml asam karminat, kocok secukupnya agar timbul warna (catatan 2).
- 13) Diamkan selama 40 menit (catatan 3)

- 14) Ambil sebagian dari larutan dan masukkan kedalam sel serapan fotometer (catatan 4).
- 15) Ambil larutan blanko (catatan 5) sebagai pembanding.
- 16) Ukur serapannya puda panjung gelombang ± 600 nm.

# 3.1.2.5. Pembuatan kurva kulibrasi

- 1) Timbang masing-masing 2,00 g aluminium murni dan masukkan kedalam beberapa cawan nikel 150 ml . .
- 2) Tambahkan larutan baku boron mulai dari 0,8 ml hingga 6,0 ml (setara dengan 0,2 hingga 1,5 mg boron).
- 3) Pengerjaan selanjutnya sesuai dengan prosedur 3.1.2.4.
- 4) Buat kurva kalibrasi antara serapan yang diperoleh terhadap kadar boron pada larutan baku.

## 3.1.2.6. Perhitungan

Banyak boron yang ada pada larutan contoh didapat dari kurva kalibrasi (catatan 6) yang dibuat seperti pada 3.1.2.5. dan kadar boron didalam contoh dapat dihitung dari rumus :

x 100 % Kadar boron

dimana : = banyak baron dalam aliquot dari laratan contoh (g)

= berat contoh (g)

= perbandingan aliquat dan larutan contoh ...

#### Catatan :

- 1. Jika terdapat endapan pada dinding cawan; miringkan dan putar cawan sehingga endapan yang menempel pada dinding cawan melarut.
- 2. Dinginkan larutan yang diwarnai pada suhu kamar dalam air yang mengalir.
- 3. Setelah penambahan asam karminat, warna yang terbentuk akan stabil selama 30-90 menit.

- 4. Prosedur ini berlaku untuk sel serapan dengan ukuran 10 mm, sel dengan ukuran lain juga dapat digunakan dengan penyesu-aian jumlah contoh dan pereaksi.
- 5. Larutan blanko dibuat dengan 2,00 g aluminium murni sesuai dengan prosedur 3.1.1.4.
- 6. Kurva kalibrasi harus selalu dibuat baru setiap kali analisa.



#### **BADAN STANDARDISASI NASIONAL - BSN**

Gedung Manggala Wanabakti Blok IV Lt. 3-4 Jl. Jend. Gatot Subroto, Senayan Jakarta 10270 Telp: 021- 574 7043; Faks: 021- 5747045; e-mail: bsn@bsn.go.id